

Japanese Patent Laid-Open No.57-870  
Laid-Open: January 5, 1982  
Filed: June 4, 1980  
Title: CERAMIC HEATER  
Applicant: Matsushita Electric Industrial  
Co., Ltd.

The present invention relates to a ceramic heater usable at a temperature of 1000°C~2000°C in the air, particularly provides a ceramic heater prepared by sintering and coating a first metal film of metal having the high melting point on the substrate of a heat resistant insulator, a heating film consisting of at least one chemical element selected from metal nitride, metal carbide, metal boride, metal silicide and carbon or one of them as a metal compound of metal having the high melting point as a major element and mixing the other on the first metal film, the second metal film of metal having the high melting point on the heating film, and the same heat resistant insulator as the said heat resistant insulator on the second metal film.

⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑭ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57-870

⑤ Int. Cl.<sup>3</sup>

H 05 B 3/14,  
3/26

識別記号

庁内整理番号

7708-3K  
7708-3K

⑬ 公開 昭和57年(1982)1月5日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑭ セラミックヒータ

⑮ 特 願 昭55-75872

⑯ 出 願 昭55(1980)6月4日

⑰ 発 明 者 新田恒治

門真市大字門真1006番地松下電  
器産業株式会社内

⑱ 発 明 者 多木宏光

門真市大字門真1006番地松下電  
器産業株式会社内

⑲ 出 願 人 松下電器産業株式会社

門真市大字門真1006番地

⑳ 代 理 人 弁理士 阿部功

明 細 書

1. 発明の名称

セラミックヒータ

2. 特許請求の範囲

1. 耐熱性絶縁物の基体上に高融点の金属の第1金属皮膜を、前記第1金属皮膜上に高融点金属の金属化合物である金属窒化物、金属炭化物、金属ほう化物、金属けい化物およびカーボンのうちより選ばれた少く共一種の単体または一種を主成分とし他を混合した発熱体皮膜を、前記発熱体皮膜上には前記の高融点の金属の第2金属皮膜を、および前記第2金属皮膜上には前記耐熱性絶縁物と同一の耐熱性絶縁物を焼結被覆したセラミックヒータ。

2. 高融点金属群の単体は W, Mo, Ni, Ta および Nb である特許請求範囲第1項記載のセラミックヒータ。

3. 高融点金属化合物の金属単体は Ti, Zr, Nb, Hf, Ta, Mo, V, Cr および W 群である特許請求の範囲第1項のセラミックヒータ。

4. 耐熱性絶縁物はアルミナ、マグネシア、シリカ、ジルコニア、およびチタニアの群の一種または一種を主成分とし他を混合したものである特許請求の範囲第1項記載のセラミックヒータ。

3. 発明の詳細な説明

本発明は空気中で1000°C ~ 2000°C の温度で使用できるセラミックヒータに関する。

従来からヒータとして各種のものが開発され、いくつかは市販され、実用化されている。その代表的なものは金属発熱体、炭化けい素発熱体、けい化モリブデン発熱体それにセラミック発熱体が知られている。金属発熱体としては比較的安価なニクロム線、鉄-クロム線、カンタル線 (Fe - Cr - Al) が使用されている。これらの発熱体は裸のままでも使用することもあるが、オープンなどの雰囲気中で使用する場合は絶縁性粉末 (例えばマグネシア) を入れた金属パイプ (例えばステンレス) 中に封入して、雰囲気劣化を防止している。したがって耐熱温度もステンレスパイプで決まり、最高温度が800°C 位である。しかもかかる構成

ではかなり高価になる。さらに高価なものとして、白金線が使用されるが、これは使用するシステムが特殊な場合に限られる。

高温用発熱体としてもっとも代表的なものは炭化けい素発熱体である。この発熱体は $1400^{\circ}\text{C}$ の空気中でも可成りの時間連続して使用できるもので、白金以外の金属発熱体に代わって高温電気炉用発熱体として広く利用されている。しかしこの発熱体の大きな欠点は $800^{\circ}\text{C}$ から $1000^{\circ}\text{C}$ で、その抵抗の温度特性が負の大きな温度係数が急激に正の温度係数に変化するので、その制御回路を十分に吟味することが必要となり、その制御回路を含めて高価になる。したがって汎用の発熱体としてはほとんど利用されていない。最近さらに高温用の発熱体としてけい化モリブデンが開発されたが、非常に高価であり一種のグレーズ状になっており機械的強度が弱く、特殊な電気炉のヒータとして応用されているに過ぎない。前述の炭化けい素発熱体も機械的強度が余りすぐれていない。

次にもっと新しい発熱体として絶縁性のアルミ

- 3 -

が必要である。

本発明は従来の欠点を除去し、空気中 $1000^{\circ}\text{C}$ ～ $2000^{\circ}\text{C}$ までの高温に耐え、かつ安価に製造できるセラミックヒータを得ることを目的とする。

本発明を図面に基いて説明する。

第2図に本発明のセラミックヒータの半分を断面図で示す。

本発明は白金、金、パラジウムなどの貴金属を使用することなく、比較的安価なサーメット系材料である金属の炭化物、窒化物、ほう化物、けい化物およびカーボンのうちから選ばれた少なくとも一種を単体または他を混合したものを高融点金属間に挿入し、これを耐熱性絶縁物で被覆してなるセラミックヒータを提供するものである。

本発明のセラミックヒータは高融点金属が酸化を受けてもその内部にあるサーメット系材料やカーボンがヒータとして作用するもので、従来のセラミックヒータに比べ、ライフ、使用温度と共に著しく改良される。

本発明の高融点金属としてのW、Mo、Ni、Ta

ナ基板上にW金属を設け全体をアルミナで被覆したものが開発された。これはセラミックヒータとして知られているが、 $1000^{\circ}\text{C}$ 以上の温度で使用するになると、内部のWが酸化を受け、その抵抗値が変化する。したがって表面温度 $800^{\circ}\text{C}$ 以下での使用である。この系のセラミックヒータは安価な金属発熱体と匹敵し得るほど安くなる可能性が大きく、もっとも期待されるものである。

従来のセラミックヒータを第1図に半分を断面図で示す。図において、(1)はW系グレーズの金属ヒータ、(2)はアルミナセラミック、(3)はNi線の電極端子、(4)は銀ロウを示す。金属ヒータ(1)はアルミナセラミック(2)の間に配設され、一部露出し金属ヒータ(1)と電極端子(3)を銀ロウ(4)で接続する。このタイプのヒータは金属ヒータ(1)のWが $3000^{\circ}\text{C}$ 以上の高融点であるが、空気中 $1000^{\circ}\text{C}$ で連続通電すると、アルミナセラミックを通じて酸素拡散が生じ、Wの表面層から酸化を受け、 $\text{WO}_3$ 層を形成し、抵抗値が高くなり、ヒータとしての安定性が得られない。したがって $800^{\circ}\text{C}$ 以下での使用

- 4 -

Nbは耐熱性絶縁物と接着性や熱衝撃などのなじみ易さなどから選ばれる。勿論これらの金属はPtやPdに比べて極めて安価である。また高融点の金属化合物としてTi、Zr、Nb、Hf、Ta、Mo、V、Cr、Wの窒化物、炭化物、ほう化物、けい化物がヒータ材料として望ましい。これらとカーボンはいずれも高融点であり、その抵抗温度特性が金属性の正の温度係数を示し、さらにまた前記金属と極めてなじみ易いなどから選ばれる。次に被覆の耐熱性絶縁物として、アルミナ、マグネシア、シリカ、ジルコニア、タタニアなどの金属酸化物セラミックが選ばれる。これらの金属酸化物は前記金属と接着性や熱衝撃に対しても安定であり、 $2000^{\circ}\text{C}$ 近くの耐熱性が得られ、また各種雰囲気中での使用においてもきわめて安定なことなどが特徴である。

以上説明した構成に基づく本発明のセラミックヒータは $1000^{\circ}\text{C}$ 以上の各種雰囲気での使用において極めて安定に動作し、オープンや電気炉などのヒータとして広範囲に応用できる。

- 5 -

本発明のセラミックヒータの構造を説明する。

図において、1はヒータ、2は金属、3は耐熱性絶縁物、4は電極端子、5は銀ロウを示す。

ヒータ2の材料として、高融点金属化合物であるTi, Zr, Nb, Hf, Ta, Mo, V, Cr, W 群の窒化物、炭化物、ほう化物、けい化物あるいはカーボンのうちから選ばれた一種を、または一種を主成分として他を混合して用いる。金属2は高融点金属であるW, Mo, Ni, Ta, あるいはNb群のうちから選ばれた一種または一種を主成分とし他を混合したものとする。耐熱性絶縁物3はアルミナ、シリカ、マグネシア、チタニアあるいはジルコニア群のうちより選ばれた一種または一種を主成分とし他を混合したものとする。高融点金属化合物のヒータ2の周囲を高融点金属の金属2で被覆し、さらにヒータ2と金属2を耐熱性絶縁物3で被覆し、電極端子4のNi線を、ヒータ2の両端を図では上方の金属2と耐熱性絶縁物3の外側に露出してヒータ2と銀ロウ5で接着して本発明のセラミックヒータを構成する。

- 7 -

ヒータは従来例に比し、耐熱性およびライフとも著しく改良されている。さらに使用する金属、金属化合物である窒化物、炭化物、ほう化物、けい化物、カーボンおよび耐熱性絶縁物は何れも低コストであるので、低コストヒータとして製造できる。

製造方法を後述するがその製法も汎用的なものである。

次に本発明のセラミックヒータの製造方法を説明する。

先づ、耐熱性絶縁物である粒径1 $\mu$ m程度のアルミナ、マグネシア、シリカ、チタニア、ジルコニアの内から選ばれ一種を、または一種を主成分とし他を混合した粉末を有機バインダと混合し、一種のペーストとする。前記ペーストを押し出し機などから直径3~10mmで押し出し長さ数mm~3.0mmの棒状の円柱体として乾燥する。乾燥した前記円柱体の表面に高融点金属であるW, Mo, Ni, Ta, Nbのうちから選ばれた単体または一種を主成分とする金属をスパッター蒸着、溶射、あるいはペースト印刷などにより5~10 $\mu$ m

- 9 -

実施例1 ヒータ2としてTiN、高融点金属2としてW、耐熱性絶縁物3としてアルミナ磁器を用いたセラミックヒータを例にとる。

前記構成のセラミックヒータを空気中で1500 $^{\circ}$ Cとし連続通電500G $\mu$ hrsしてもヒータ2の抵抗値はほとんど変化がみられなかった。それは金属2のW層がヒータ2のTiN層の酸化防止層として働いているためと考えられる。一方W層とTiN層は固溶体を作り、W層はアルミナ接触部からの酸化反応の防止層の役割も果している。

実施例2 ヒータ2としてカーボン、高融点金属2としてW、耐熱性絶縁物3としてマグネシア磁器を用いたセラミックヒータを例にとる。

空気中で1500 $^{\circ}$ Cとし、500hrs連続通電してもヒータ2の劣化はほとんど認められない。理由として、W層はカーボン層と反応して一部W<sub>2</sub>Cを形成し、W層、カーボン層と連続固溶した層を形成し、前記と同様酸化防止層としての役割を果たすからである。

以上の通り第2図に示す本発明のセラミックヒ

- 8 -

の厚さに金属層の皮膜を付着する。

前記付着した金属の上に金属の窒化物、炭化物、ほう化物、けい化物、カーボンの内一種を主成分とするヒータ成分をスパッター、蒸着、溶射あるいはペースト印刷などにより5~10 $\mu$ mの厚さにヒータ層の皮膜を付着する。さらにヒータ層の上に高融点金属をスパッター、蒸着、溶射あるいはペースト印刷などにより金属層の皮膜を付着する。

このように構成した円柱体の表面に、前記ペーストを用いて別に作っておいた耐熱性絶縁物の約200 $\mu$ mの厚みの生シートを巻き込む。その後200 $^{\circ}$ Cで十分乾燥を行ない、水素を含むガスや窒素やアルゴンなどの中性ガス雰囲気中、それぞれの使用目的例えばオープンや電気炉に応じて1500 $^{\circ}$ Cから2400 $^{\circ}$ Cの焼成温度で焼結させる。次に電極端子を銀ロウで接着する。その後ヒータ2に通電して空気中、それぞれの目的に応じて、1500 $^{\circ}$ Cから2000 $^{\circ}$ Cでアニールを行ない安定化させる。

- 10 -

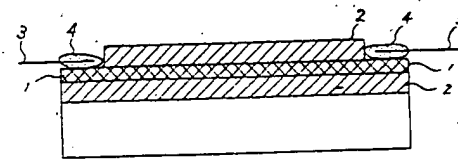
本発明のセラミックヒータは前記の構成を具備するので従来にない耐熱性とライフが得られるなどの作用効果を生ずる。

したがって、オーブンや電気炉を初めとする各種の加熱装置のヒータとして幅広く応用される。

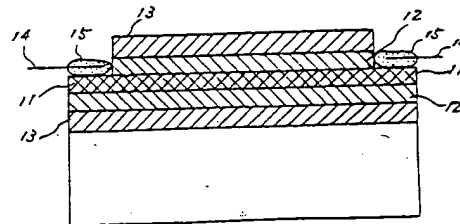
#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は従来のセラミックヒータの一部断面図、第2図は本発明のセラミックヒータの一部断面図を示す。

1 1 : ヒータ      1 2 : 金属      1 3 : 耐熱性  
絶縁物      1 4 : 電極端子      1 5 : 銀ロウ



第1図



第2図

特許出願人 松下電器産業株式会社

代理人 弁理士 阿部 功